

Kunststoffe

Bestimmung der Migration von Weichmachern

(ISO 177 : 1988) Deutsche Fassung EN ISO 177 : 1999

DIN**EN ISO 177**

ICS 83.080.01

Ersatz für
DIN 53405 : 1981-12Plastics – Determination of migration of plasticizers
(ISO 177 : 1988); German version EN ISO 177 : 1999Plastiques – Détermination de la migration des plastifiants
(ISO 177 : 1988); Version allemande EN ISO 177 : 1999**Die Europäische Norm EN ISO 177 : 1999 hat den Status einer Deutschen Norm.****Nationales Vorwort**

Die Mitarbeit des DIN im CEN/TC 249 „Kunststoffe“ wird über den Normenausschuß Kunststoffe (FNK) wahrgenommen.

An der Erstellung dieser Europäischen Norm war seitens des DIN der folgende Arbeitsausschuß beteiligt:

FNK-AA 103.2

Für die im Abschnitt 2 zitierten Internationalen Normen wird im folgenden auf die entsprechenden Deutschen Normen hingewiesen:

ISO 291 siehe DIN EN ISO 291
ISO 294 siehe DIN EN ISO 294-1 bis -4
ISO 4649 siehe DIN 53516**Änderungen**

Gegenüber DIN 53405 : 1981-12 wurden folgende Änderungen vorgenommen:

- a) Inhalt der Europäischen Norm EN ISO 177 : 1999 vollständig übernommen.
- b) Abschnitt 3 „Bezeichnung des Verfahrens“ wurde gestrichen.
- c) Die Prüftemperatur von 50 °C wurde in 70 °C geändert.

Frühere Ausgaben

DIN 53405: 1955-07, 1962-12, 1981-12

Fortsetzung Seite 2
und 5 Seiten ENNormenausschuß Kunststoffe (FNK) im DIN Deutsches Institut für Normung e.V.
Normenausschuß Anstrichstoffe und ähnliche Beschichtungsstoffe (FA) im DIN

Nationaler Anhang NA (informativ)

Literaturhinweise

DIN 53516

Prüfung von Kautschuk und Elastomeren – Bestimmung des Abriebs

DIN EN ISO 291

Kunststoffe – Normalklimate für Konditionierung und Prüfung (ISO 291 : 1997); Deutsche Fassung
EN ISO 291 : 1997

DIN EN ISO 294-1

Kunststoffe – Spritzgießen von Probekörpern aus Thermoplasten – Teil 1: Allgemeine Grundlagen und Herstellung von Vielzweckprobekörpern und Stäben (ISO 294-1 : 1996); Deutsche Fassung EN ISO 294-1 : 1998

DIN EN ISO 294-2

Kunststoffe – Spritzgießen von Probekörpern aus Thermoplasten – Teil 2: Kleine Zugstäbe (ISO 294-2 : 1996); Deutsche Fassung EN ISO 294-2 : 1998

DIN EN ISO 294-3

Kunststoffe – Spritzgießen von Probekörpern aus Thermoplasten – Teil 3: Kleine Platten (ISO 294-3 : 1996); Deutsche Fassung EN ISO 294-3 : 1998

DIN EN ISO 294-4

Kunststoffe – Spritzgießen von Probekörpern aus Thermoplasten – Teil 4: Bestimmung der Verarbeitungsschwindigkeit (ISO 294-4 : 1997); Deutsche Fassung EN ISO 294-4 : 1998

ICS 83.080.00

Deutsche Fassung

Kunststoffe Bestimmung der Migration von Weichmachern (ISO 177 : 1988)

Plastics – Determination of migration of plasticizers
(ISO 177 : 1988)

Plastiques – Détermination de la migration des plasti-
fiants (ISO 177 : 1988)

Diese Europäische Norm wurde von CEN am 6. Mai 1999 angenommen.

Die CEN-Mitglieder sind gehalten, die CEN/CENELEC-Geschäftsordnung zu erfüllen, in der die Bedingungen festgelegt sind, unter denen dieser Europäischen Norm ohne jede Änderung der Status einer nationalen Norm zu geben ist.

Auf dem letzten Stand befindliche Listen dieser nationalen Normen mit ihren bibliographischen Angaben sind beim Zentralsekretariat oder bei jedem CEN-Mitglied auf Anfrage erhältlich.

Diese Europäische Norm besteht in drei offiziellen Fassungen (Deutsch, Englisch, Französisch). Eine Fassung in einer anderen Sprache, die von einem CEN-Mitglied in eigener Verantwortung durch Übersetzung in seine Landessprache gemacht und dem Zentralsekretariat mitgeteilt worden ist, hat den gleichen Status wie die offiziellen Fassungen.

CEN-Mitglieder sind die nationalen Normungsinstitute von Belgien, Dänemark, Deutschland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Luxemburg, Niederlande, Norwegen, Österreich, Portugal, Schweden, Schweiz, Spanien, der Tschechischen Republik und dem Vereinigten Königreich.

CEN

EUROPÄISCHES KOMITEE FÜR NORMUNG
European Committee for Standardization
Comité Européen de Normalisation

Zentralsekretariat: rue de Stassart 36, B-1050 Brüssel

Vorwort

Der Text der Internationalen Norm vom Technischen Komitee ISO/TC 61 „Plastics“ der International Organization for Standardization (ISO) wurde als Europäische Norm durch das Technische Komitee CEN/TC 249 „Kunststoffe“ übernommen, dessen Sekretariat vom IBN gehalten wird.

Diese Europäische Norm muß den Status einer nationalen Norm erhalten, entweder durch Veröffentlichung eines identischen Textes oder durch Anerkennung bis Dezember 1999, und etwaige entgegenstehende nationale Normen müssen bis Dezember 1999 zurückgezogen werden.

Entsprechend der CEN/CENELEC-Geschäftsordnung sind die nationalen Normungsinstitute der folgenden Länder gehalten, diese Europäische Norm zu übernehmen:

Belgien, Dänemark, Deutschland, Finnland, Frankreich, Griechenland, Irland, Island, Italien, Luxemburg, Niederlande, Norwegen, Österreich, Portugal, Schweden, Schweiz, Spanien, die Tschechische Republik und das Vereinigte Königreich.

Anerkennungsnotiz

Der Text der Internationalen Norm ISO 177 : 1988 wurde von CEN als Europäische Norm ohne irgendeine Abänderung genehmigt.

ANMERKUNG: Die normativen Verweisungen auf internationale Publikationen sind im Anhang ZA (normativ) aufgeführt.

1 Anwendungsbereich

Diese Internationale Norm legt ein Verfahren zur Bestimmung der Migrationsneigung von Weichmachern aus Kunststoffen, in denen sie enthalten sind, in andere Materialien oder andere Kunststoffe, mit denen sie in engen Kontakt gebracht werden, fest.

ANMERKUNG 1: Die Oberflächen, in die die Wanderung erfolgen kann, dürfen auch aus organischen Oberflächenbeschichtungen wie Lacken bestehen.

Die Prüfung ist geeignet

- a) zur Bestimmung der Neigung von Kunststoffen, besonders in Form von Folien und Platten, bestimmte flüssige Bestandteile abzugeben, wenn sie mit Materialien in Berührung gebracht werden, die eine Affinität zu den Weichmachern besitzen;
- b) zur Untersuchung der Migrationsneigung von Weichmachern, die in einem Harz oder einer Reihe von Harzen in einer oder mehreren Konzentrationen enthalten sind.

Im Fall b) sollten Normformmassen aus einem bestimmten Harz in genau festgelegten Verhältnissen von Weichmacher zu Harz hergestellt werden.

ANMERKUNG 2: Wenn die absorbierenden Platten selbst eine zur Migration fähige Substanz enthalten, dürfen gleichzeitig Wanderungen aus dem Probekörper in die absorbierenden Platten und umgekehrt stattfinden.

Die Ergebnisse dürfen auch durch die Migration anderer Bestandteile aus dem Kunststoff (zum Beispiel Oligomere) oder durch die Abgabe anderer flüchtiger Bestandteile als Weichmacher aus dem Kunststoff oder aus der absorbierenden Schicht beeinflusst werden.

2 Normative Verweisungen

Die folgenden normativen Dokumente enthalten Festlegungen, die durch Verweisung in diesem Text Bestandteil der vorliegenden Internationalen Norm sind. Zum Zeitpunkt der Veröffentlichung dieser Internationalen Norm waren die angegebenen Ausgaben gültig. Alle normativen Dokumente unterliegen der Überarbeitung. Vertragspartner, deren Vereinbarungen auf dieser Internationalen Norm basieren, werden gebeten, die Möglichkeit zu prüfen, ob die jeweils neuesten Ausgaben der im folgenden genannten Normen angewendet werden können. Die Mitglieder von IEC und ISO führen Verzeichnisse der gegenwärtig gültigen Internationalen Normen.

ISO 291 : 1977^{N1)}

Plastics – Standard atmospheres for conditioning and testing

ISO 293 : 1986

Plastics – Compression moulding test specimens of thermoplastic materials

ISO 294 : 1975^{N2)}

Plastics – Injection moulding test specimens of thermoplastic materials

ISO 4649 : 1985

Rubber – Determination of abrasion resistance using a rotating cylindrical drum device

3 Definition

Für die Anwendung dieser Norm gilt die folgende Definition:

3.1 Migration von Weichmachern: Der Masseverlust einer weichmacherhaltigen Kunststoffplatte, die sich unter festgelegten Bedingungen zwischen zwei absorbierenden Platten aus einem anderem Werkstoff befindet und mit diesen in engen Kontakt gebracht wird.

4 Prinzip

Ein aus einer Folie, einer Platte oder dem Fertigprodukt des zu untersuchenden Werkstoffs ausgeschnittener Probekörper wird mit zwei weichmacherabsorbierenden Platten engen Kontakt gebracht. Dann wird unter festgelegten Bedingungen erwärmt. Der Masseverlust des Probekörpers, der theoretisch gleich der Massezunahme der Platten ist, ist ein Maß für die Migration des Weichmachers.

5 Geräte

5.1 Analysenwaage mit einer Fehlergrenze von 0,001 g.

5.2 Mikrometer mit einer Fehlergrenze von 0,01 mm.

5.3 Wärmeschrank mit Luftumlauf, der die Temperatur im Bereich von 50°C bis 100°C innerhalb von $\pm 2^\circ\text{C}$ aufrechterhalten kann.

5.4 Glasplatten mit ebenen Oberflächen und ausreichender Größe zum Bedecken der absorbierenden Kontaktscheiben (5.6).

5.5 Wägestücke von 5 kg.

5.6 Absorbierende Kontaktscheiben von (60 ± 1) mm Durchmesser und mindestens 0,5 mm Dicke, die eine Affinität für Weichmacher aufweisen.

Für die Prüfung empfohlene Materialien sind:

- ein Normgummi (siehe ISO 4649 : 1985, Anhang B, Abschnitt B.2);
- oder Polyethylen ohne Zusatzstoffe;
- oder weichmacherfreies Polyvinylacetat.

Bei einer besonderen Verwendung muß eine absorbierende Kontaktscheibe aus dem Material verwendet werden, mit dem der zu prüfende Kunststoff bei bestimmungsgemäßer Benutzung in Berührung kommt. Die Oberfläche der absorbierenden Kontaktscheibe muß ausreichend glatt sein, um eine durchgehende Berührung mit dem Probekörper sicherzustellen.

6 Probekörper

6.1 Die Probekörper müssen Scheiben mit einem Durchmesser von (50 ± 1) mm und einer Dicke von mindestens 0,5 mm sein und aus einer durch Formpressen (siehe ISO 293) oder durch Spritzguß (siehe ISO 294) hergestellten Platte geeigneter Dicke geschnitten werden.

Nationale Fußnoten:

^{N1)} Mittlerweile als Neuausgabe ISO 291 : 1997 erschienen.

^{N2)} Mittlerweile als Neuausgaben ISO 294-1 : 1996, ISO 294-2 : 1996, ISO 294-3 : 1996 und ISO 294-4 : 1997 erschienen und als Europäische Normen übernommen.

Die Oberfläche der Probekörper muß ausreichend glatt sein, um durchgehende Berührung mit den absorbierenden Kontaktscheiben (5.6) sicherzustellen.

6.2 Bei Folien müssen Probekörper mit einer Mindestdicke von 0,5 mm durch Pressen einer entsprechenden Anzahl von Folien für 1 min bei geeigneter Temperatur hergestellt werden.

6.3 Bei der Bestimmung der Migration aus einem Fertigprodukt muß die Prüfung an einem Probekörper gleichmäßiger Dicke durchgeführt werden.

6.4 Falls das zu prüfende Erzeugnis aus einem Träger (Gewebe, Papier oder sonstiges geeignetes Material) besteht, der nur auf einer Seite durch Aufsprühen oder Aufpressen eines weichmacherhaltigen Harzes (wie mit Vinylharzen oder ähnlichen Produkten beschichtete Gewebe) beschichtet ist, müssen die Probekörper aus zwei aus dem Material geschnittenen Scheiben bestehen, die so übereinandergelegt werden, daß sich die unbeschichteten Oberflächen der Unterlagen berühren und sich der Kunststoff auf den Außenflächen des so gebildeten „Sandwich“-Verbundes befindet.

6.5 Von jedem Werkstoff müssen drei Probekörper geprüft werden.

7 Konditionieren

Falls nicht anders festgelegt, müssen die Probekörper und die absorbierenden Kontaktscheiben (5.6) in einer der in ISO 291 festgelegten Atmosphären konditioniert werden.

8 Durchführung

8.1 Nach dem Konditionieren sind die Probekörper (Abschnitt 6) und die Scheiben (5.6) auf 0,001 g zu wiegen und ihre mittlere Dicke auf 0,01 mm zu bestimmen.

8.2 Ein Probekörper des zu prüfenden Werkstoffs ist so zwischen zwei absorbierende Kontaktscheiben zu bringen, daß ihre Achsen übereinstimmen und ein „Sandwich“-Verbund gebildet wird. Dieser ist zwischen zwei Glasplatten (5.4) zu bringen.

8.3 Wenn bei der Prüfung die Kennwerte bestimmter Weichmacher ermittelt werden sollen, müssen zwischen den beteiligten Partnern abgestimmte Normformmassen festgelegter Zusammensetzung verwendet werden.

8.4 Um die Druckverteilung zwischen den absorbierenden Kontaktscheiben und dem Probekörper auszugleichen, muß zwischen die absorbierende Kontaktscheibe und die Glasplatte eine Gummischeibe gelegt werden. Die absorbierende Kontaktscheibe muß durch Aluminiumfolie vom Gummi getrennt werden.

8.5 Eines der 5-kg-Gewichte (5.5) ist auf die Prüfanordnung aus Scheiben und zu prüfenden Platten zu stellen, alles zusammen ist in den auf einer Temperatur von $(70 \pm 2)^\circ\text{C}$ gehaltenen Wärmeschrank (5.3) zu bringen.

Es ist zulässig, mehrere Prüfanordnungen übereinander zu legen, höchstens jedoch fünf durch Glasplatten getrennte, wodurch eine mit nur einem 5-kg-Gewicht beschwerte Säule gebildet wird. In diesem Fall muß die Temperatur direkt im Innern des Stapels gemessen werden, zum Beispiel zwischen einer absorbierenden Kontaktscheibe und der zum Druckausgleich eingelegten Gummischeibe.

ANMERKUNG: Wenn die Anwendungstemperatur des Materials zu berücksichtigen ist, sollte die Prüfung bei der in der Spezifikation für die Anwendung des Werkstoffs empfohlenen Temperatur durchgeführt werden. Wenn es keine bestimmte Spezifikation gibt und eine Prüfung bei einer Temperatur unter oder über 70°C durchgeführt werden soll, sollten 50°C bzw. 85°C gewählt werden.

8.6 Für jede Prüfung müssen frische absorbierende Kontaktscheiben benutzt werden.

8.7 Nach 24 h sind die Prüfanordnungen aus dem Wärmeschrank zu entnehmen. Die Probekörper sind von den absorbierenden Kontaktscheiben zu trennen, alle sind unter den gleichen Bedingungen wie vor der ersten Wägung erneut zu konditionieren. Die Probekörper und die absorbierenden Kontaktscheiben sind erneut zu wiegen.

8.8 Zur Bestimmung des Fortschreitens der Migration als Funktion der Zeit wird vorgeschlagen, Messungen nach einer Prüfdauer von 1, 2, 5, 10, 15 und 30 Tagen durchzuführen. In solchen Fällen müssen für jede Prüfdauer drei Probekörper eingesetzt werden.

9 Angabe der Ergebnisse

Die arithmetischen Mittelwerte der Masseänderung in Gramm sind zu berechnen

- a) für die drei Probekörper;
- b) für die drei Kontaktscheibenpaare.

Wenn die maximale Streuung der Ergebnisse für eine Reihe von drei Probekörpern oder für eine Reihe von drei Kontaktscheibenpaaren um mehr als $\pm 10\%$ vom Mittelwert der drei entsprechenden Ergebnisse abweicht, ist die Prüfung an einer neuen Reihe von drei Probekörpern zu wiederholen.

Die Migration des Weichmachers in dem zu prüfenden Erzeugnis wird durch die aufeinanderfolgende Angabe der beiden oben angegebenen Werte ausgedrückt, zum Beispiel:

ISO 177 Weichmacherwanderung: Mittelwert für die Probekörper 0,450 g; Mittelwert für die Kontaktscheibenpaare 0,380 g.

ANMERKUNG: Der Masseverlust des Probekörpers sollte theoretisch gleich der Massezunahme der beiden absorbierenden Kontaktscheiben sein. Dies ist jedoch sehr selten der Fall; die beobachtete Differenz ist wahrscheinlich auf den Verlust von flüchtigen Bestandteilen zurückzuführen.

10 Prüfbericht

Der Prüfbericht muß die folgenden Angaben enthalten:

- a) Hinweis auf diese Internationale Norm;
- b) vollständige Identifizierung der Probe und das Herstellungsverfahren für die Probekörper;
- c) chemische Zusammensetzung und Bezeichnung der absorbierenden Kontaktscheiben;
- d) Konditionierungsverfahren;
- e) Maße der Probekörper und der absorbierenden Kontaktscheiben (die Dicke muß auf 0,01 mm angegeben werden);
- f) Masse der Probekörper und der absorbierenden Kontaktscheiben vor der Prüfung, in Gramm;
- g) die Abnahme oder Zunahme der Masse jedes Probekörpers und des entsprechenden Kontaktscheibenpaars, in Milligramm und die Dauer der Prüfung;
- h) arithmetischer Mittelwert der für drei Probekörper und für die entsprechenden Paare der absorbierenden Kontaktscheiben erhaltenen Werte;
- i) alle im Aussehen der Probekörper aufgetretenen und beobachteten Veränderungen.

Anhang ZA (normativ)

Normative Verweisungen auf internationale Publikationen mit ihren entsprechenden europäischen Publikationen

Diese Europäische Norm enthält durch datierte oder undatierte Verweisungen Festlegungen aus anderen Publikationen. Diese normativen Verweisungen sind an den jeweiligen Stellen im Text zitiert, und die Publikationen sind nachstehend aufgeführt. Bei datierten Verweisungen gehören spätere Änderungen oder Überarbeitungen dieser Publikationen nur zu dieser Europäischen Norm, falls sie durch Änderung oder Überarbeitung eingearbeitet sind. Bei undatierten Verweisungen gilt die letzte Ausgabe der in Bezug genommenen Publikation.

Publikation	Jahr	Titel	EN	Jahr
ISO 291	1997	Plastics – Standard atmospheres for conditioning and testing	EN ISO 291	1997